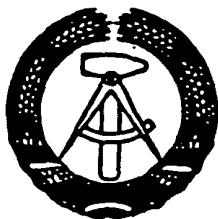


Deutsch
Demokratische
Republik



Amt
für Erfindungs-
und Patentwesen

PATENTSCHRIFT 121 025

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 1 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

Zusatzpatent zum Patent: -

Anmeldetag: 19.08.75
(WP A 61 F / 187 922)

Priorität: -

Ausgabetag: 12.07.76

Int. Cl.:
A 61 F, 1/00

Int. Cl.2:
A 61 F, 1/00

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Erfinder: Heuschkel, Dipl.-Ing. Hermann;
Knechtel, Wolfgang;
Lehninger, Gerd;
Schwab, Dipl.-Ing. Theo

zugleich

Inhaber:

Verfahren zur Herstellung von Implantaten aus Aluminiumoxid

121 025

8 Seiten

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Implantaten aus Aluminiumoxid mit einem Reinheitsgrad von $>99,5\% \text{ Al}_2\text{O}_3$, die als Knochenersatz- Knochenverbund- oder Prothesenverankerungen geeignet sind.

Implantate aus Metall oder Kunststoff erfüllen häufig nicht die Erwartungen hinsichtlich der mechanischen Festigkeit, der Verschleißfestigkeit und der Verträglichkeit. Außerdem sind die entwickelten speziellen Werkstoffe recht teuer. Aus diesen Gründen bietet es sich an, Implantate aus Aluminiumoxid zu fertigen. In bekannter Weise werden oxidkeramische Erzeugnisse für hohe mechanische Beanspruchungen im Schlickergießverfahren, thermoplastischen Spritzguß-, Strangpreß-, Trockenpreß- oder isostatischen Preßverfahren hergestellt. Nach dem Trocknen erfolgt die Sinterung der Erzeugnisse in oxydierender Atmosphäre. Die Formlinge werden in der Regel auf Brennunterlagen gebrannt, die das gleiche Schwindungsverhalten zeigen, wie das zu sinternde Material selbst.

Zur Verbesserung der Oberflächengüte der Erzeugnisse ist es bekannt, die Formkörper nach dem Sintern verschiedenen Verfahren, wie Gleitschleifen, Diamantschleifen bzw. Läppen und Polieren, zu unterziehen. Die Anwendung der bekannten oxidkeramischen Verfahren zur Herstellung von Implantaten führt jedoch zu unbefriedigenden Ergebnissen. Die Gleiteigenschaften sind verbesserungsbedürftig und bei der komplizierten Geometrie der Implantate stellen sich Mikrorisse und damit Korrosionsansatzpunkte ein.

Zweck der Erfindung ist es, diese Nachteile zu vermeiden. Der Erfindung liegt deshalb die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren

zur Herstellung von Implantaten aus Aluminiumoxid mit einem Reinheitsgrad von $>99,5\%$ Al_2O_3 vorzuschlagen, daß die Ausnutzung der günstigsten Werkstoffeigenschaften hochreiner Tonerde auch für Implantate mit komplizierter Geometrie erlaubt.

Erfindungsgemäß wird ein Formling aus einer Masse mit einem Körnungsband entsprechend der Litzow-Kurve mit einem mittleren Korndurchmesser von $3\mu\text{m}$, einem Kalzinierungsgrad über 90% Al_2O_3 und einem Sorptionsglühverlust $<0,2\%$ hergestellt, der Rohling durch Druckgießen und nachfolgendes isostatisches Pressen geformt, die Oberfläche des Formlings durch abgestuftes Schleifen (grob-fein) und anschließendes Polieren mit einem der Geometrie des Implantats angepaßten und beschichteten Traggkörper, vorzugsweise aus weichem Kunststoff, und nachfolgendes Abziehen mit schleifmittelfreiem Papier bearbeitet, der Formling wird auf geschliffenen Brennhilfsmitteln im reduzierenden Brand auf molybdänbeschichteten Brennhilfsmitteln ohne Zuhilfenahme von Streumaterialien zwischen 1700 und 1850°C gesintert, der gesinterte Formling wird entweder auf Schleifmittelträgerplatten, die der Geometrie des Implantates angepaßt sind, mit losem Diamantkorn oder mit diamantimprägnierten Trägerplatten im abgestuften Schleifvorgang oder mittels elastischer Schleifbänder, die ebenfalls der Geometrie des Implantats angepaßt werden, feinst bearbeitet und das so hergestellte Implantat wird abschließend im sauren und alkalischen Medium bei Temperaturen über 50°C gereinigt.

Zweckmäßig ist es, wenn die durch Druckguß hergestellten Formlinge mit einer maximalen Restfeuchte von 2% mit einer einfachen dünnen Gummimatrize bei einem Preßdruck von $1000 - 1200\text{ kpcm}^{-2}$ und einer Preßdauer von max. 2 Minuten isostatisch nachgepreßt werden.

Zweckmäßig ist es weiter, wenn Brennhilfsmittel aus gesintertem hochtonerdehaltiger Silikatmasse verwendet werden, die feinst bearbeitet, mit Molybdän beschichtet und der Geometrie der Formlinge angepaßt sind.

Günstig ist es auch, wenn Schleifmittelträger aus feinporösen synthetischen Mullit und/oder feinporösen Spezialläppguß verwendet werden.

Günstig ist es weiter, wenn der feinbearbeitete und gewaschene Formling nach Entfernung der Verunreinigungen einem Temperprozeß bei Temperaturen zwischen 1200 und 1500°C unterzogen wird.

Günstig ist außerdem wenn der durch Druckguß hergestellte und nachfolgend isostatisch gepreßte Formling im Rohzustand von seiner Gießhaut entledigt wird.

Und schließlich ist es noch günstig, wenn der Formling einem zweiten reduzierenden bei Temperaturen zwischen 1800 und 1850°C unterzogen wird.

Die Erfindung ermöglicht die günstigen Werkstoffeigenschaften der hochreinen Tonerde für Implantate mit komplizierter Geometrie auszunutzen. Während gewöhnlich das Körnungsband einer keramischen Masse durch die mittlere Korngröße charakterisiert wird, zielt die Erfindung auf eine dichtere Packung des Formlings durch Körnungsabstufungen nach der Litzow-Kurve mit mittlerem Korndurchmesser 3 µm. Zur Erhöhung der Verdichtung des Rohlings wendet das Verfahren eine in der Keramik bisher nicht übliche Doppelformgebung an.

Die Erfindung soll nun beispielhaft erläutert werden.

Ausgehend von Tonerde mit einem Reinheitsgrad von mindestens 99,5 % wird eine Masse mit einem Körnungsband entsprechend der Litzow-Kurve mit einem mittleren Korndurchmesser von 3 µm, einem Kalzinierungsgrad über 90 % Al_2O_3 und mit einem Sorptionsglühverlust kleiner 0,2 % auf bekannte Weise hergestellt und verschlickert. Durch Druckgießen wird ein Rohling hergestellt. Dieser Rohling wird auf eine Restfeuchte von max. 2 % getrocknet und dann einer weiteren Formgebung durch isostatisches Pressen (1100 kp/cm²; etwa 1 min) ^{unterzogen} Zweckmäßig ist es, wenn von dem gegossenen Formling vor dem isostatischen Pressen die Gießhaut entfernt wird. Als Matrizie findet ein einfacher materialsparender Gummischlauch Anwendung.

Dadurch erzielt man eine um mindestens 8 % höhere Rohdichte gegenüber dem gegossenen Formling; außerdem tritt eine Minderung der Schwindung um ca. 10 % ein. Die Rohbruchfestigkeit der Preßlinge steigt um mindestens 15 % gegenüber dem nur isostatisch gepreßten Körper. Anschließend werden die Formlinge bei 1750°C dicht gebrannt.

Für Implantate mäßiger Forderung genügt der eine reduzierende Brand; hierbei ist besonderes Augenmerk auf die Brennunterlage zu verwenden, d.h. zur Vermeidung von Oberflächenbeschädigungen am Formling muß die Brennunterlage aus synthetischem Mullit gefertigt und mit Molybdän beschichtet sein.

Hochbeanspruchte Implantate werden zweckmäßigerweise einem zweiten reduzierenden Brand bei 1800 - 1850°C ausgesetzt. Dieser Doppelbrand bewirkt eine Teiltransparenz und gleichzeitig eine Glättung der Oberfläche mit günstigen Voraussetzungen für die Endbearbeitungsprozesse.

Danach werden die Formlinge auf Schleifschalen, die der Geometrie der Implantate angepaßt sind und aus synthetischem Mullit mit einer Porosität von ca. 15 % bestehen, geschliffen. Die Poren dienen der Aufnahme des Diamantstaubes, gleichzeitig wirkt der entstehende Mullitstaub günstig auf den Schleifvorgang durch verschiedene Haftmechanismen.

Eine höhere Effektivität im Läppprozeß läßt sich mit einem Spezialläppguß (HB 180 - 220 kpmm^{-2}) in Verbindung mit abgestuftem losen Diamantkorn bzw. elastischen Diamantschleifbändern erreichen, die segmentartig in Schleifschalen eingesetzt werden. Die Schleifbewegung muß durch ein schwingendes mechanisches System auf die Trägerelemente übertragen werden.

Wie üblich werden die nachbearbeiteten Artikel zur Reinigung einer chemischen Behandlung und Ultraschallreinigung ausgesetzt. Eine 100 %ige Reinigung erfolgt jedoch durch eine thermische

Nachbehandlung bei Temperaturen um 1250°C . Diese Behandlung bewirkt gleichzeitig ein Ausheilen der Mikrorisse, während die Mikroschmirtaschen erhalten bleiben. Der Temperprozeß hat eine wesentliche Steigerung der mechanischen Festigkeit zur Folge.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Implantaten aus Aluminiumoxid mit einem Reinheitsgrad von über 99,5 %, dadurch gekennzeichnet, daß ein Formling aus einer Masse mit einem Körnungsband entsprechend der Litzow-Kurve mit einem mittleren Korndurchmesser von $3\text{ }\mu\text{m}$, einem Kalzinierungsgrad über 90 % $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ und einem Sorptionsglühverlust von kleiner 0,2 % hergestellt, der Rohling durch Druckgießen und nachfolgendes isostatisches Pressen geformt, die Oberfläche des Formlings durch abgestuftes Schleifen (grob-fein) und anschließendes Polieren mit einem der Geometrie des Implantats angepaßten und beschichteten Tragkörper, vorzugsweise aus weichem Kunststoff, und nachfolgendes Abziehen mit schleifmittelfreiem Papier bearbeitet, der Formling auf geschliffenen Brennhilfsmitteln im reduzierenden Brand auf molybdänbeschichteten Brennhilfsmitteln ohne Zuhilfenahme von Streumaterialien zwischen 1700 und 1850°C gesintert, der gesinterte Formling entweder auf Schleifmittelträgerplatten, die der Geometrie des Implantats angepaßt sind, mit loseem Diamantkorn oder mit diamantimprägnierten Trägerplatten im abgestuften Schleifvorgang oder mittels elastischer Schleifbänder, die ebenfalls der Geometrie des Implantats angepaßt werden, feinst bearbeitet und das so hergestellte Implantat abschließend im sauren und alkalischen Medien bei Temperaturen über 50°C gereinigt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die durch Druckguß hergestellten Formlinge mit einer maximalen Restfeuchte von 2 % mit einer einfachen dünnen Gummimatrize bei einem Preßdruck von 1000 - 1200 kpcm^{-2} und einer Preßdauer von 2^{max} Minuten isostatisch nachgepreßt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Brennhilfsmittel aus gesintelter hochtonerdehaltiger Silikatmasse verwendet werden, die feinst bearbeitet, mit Molybdän beschichtet und der Geometrie der Formlinge angepaßt sind.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Schleifmittelträger aus feinporösem synthetischem Mullit und/oder feinporösem Spezialläppguß verwendet werden.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der feinbearbeitete und gewaschene Formling nach Entfernung der Verunreinigungen einem Temperprozeß bei Temperaturen zwischen 1200 und 1500°C unterzogen werden.
6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der durch Druckguß hergestellte und nachfolgend isostatisch gepreßte Formling im Rohzustand von seiner Gießhaut entle- digt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Formling einem zweiten reduzierenden bei Temperaturen zwischen 1800 und 1850°C unterzogen wird.